

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Shinji MORIYAMA, et al.

GAU:

SERIAL NO: New Application

EXAMINER:

FILED: Herewith

FOR: TONER FOR ELECTROSTATIC IMAGE DEVELOPMENT

REQUEST FOR PRIORITY

COMMISSIONER FOR PATENTS  
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number \_\_\_\_\_, filed \_\_\_\_\_, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e):  
Application No. Date Filed

☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

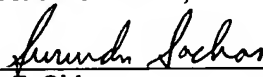
<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
Japan	2003-102283	April 4, 2003

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. \_\_\_\_\_ filed \_\_\_\_\_
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number \_\_\_\_\_  
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. \_\_\_\_\_ filed \_\_\_\_\_; and
- ☐ (B) Application Serial No.(s) \_\_\_\_\_  
☐ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.

  
\_\_\_\_\_  
Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

Customer Number

22850

Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 05/03)

Surinder Sachar  
Registration No. 34,423

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 3 年    4 月    4 日  
Date of Application:

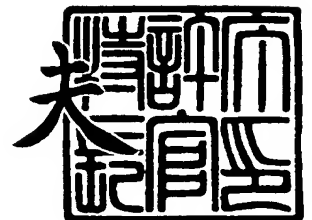
出 願 番 号            特 願 2 0 0 3 - 1 0 2 2 8 3  
Application Number:  
[ST. 10/C]:            [ J P 2 0 0 3 - 1 0 2 2 8 3 ]

出    願    人            花 王 株 式 会 社  
Applicant(s):

2 0 0 4 年    2 月 2 6 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 KAP03-0069

【提出日】 平成15年 4月 4日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G03G 9/08

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

    【氏名】 森山 伸二

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

    【氏名】 福嶋 善弘

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

    【氏名】 舘 秀典

【特許出願人】

    【識別番号】 000000918

    【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100095832

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 細田 芳徳

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 050739

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 図面 1

    【物件名】 要約書 1

    【包括委任状番号】 0012367

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 静電荷像現像用トナー

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 結着樹脂と着色剤を含有してなる静電荷像現像用トナーであって、前記着色剤が粉末炭を含有してなり、該粉末炭の体積中位粒径（ $D_{50}$ ）が  $5.6\ \mu\text{m}$  以下であり、変動係数が 80% 以下である静電荷像現像用トナー。

【請求項 2】 結着樹脂がポリエステルを含有してなる請求項 1 記載の静電荷像現像用トナー。

【請求項 3】 粉末炭の含有量が結着樹脂 100 重量部に対して、1～40 重量部である請求項 1 又は 2 記載の静電荷像現像用トナー。

【請求項 4】 粉末炭が、木質系粉末炭及びヤシ殻系粉末炭からなる群より選ばれた少なくとも 1 種である請求項 1～3 いずれか記載の静電荷像現像用トナー。

【請求項 5】 トナーの誘電正接が 0.01 以下である請求項 1～4 いずれか記載の静電荷像現像用トナー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、電子写真法、静電記録法、静電印刷法等において形成される潜像の現像に用いられる静電荷像現像用トナーに関する。

【0002】

【従来の技術】

電子写真方式における複写機やプリンタでは、写真再現性を含む高画質化が要求されている。そこで、高画質化の観点から、低抵抗のカーボンブラックの代替として金属酸化物を黒色着色剤として使用することが提案されている（特許文献 1 参照）。

【0003】

しかしながら、金属酸化物の黒色度はカーボンブラックに比べて低いため、従来のカーボンブラックを含有したトナーと同程度の画像濃度を得るために、金属

酸化物を多量に添加すると、金属酸化物による重量の増加により、トナーの消費量が増加したり、帯電性の悪化によるトナー飛散が生じる等の不具合が発生することがある。

#### 【0004】

そこで、カーボンブラックや金属酸化物に変わって、十分な画像濃度を得ることのできる黒色度及び隠蔽性を有し、かつ優れた画像品質を両立させることのできる黒色着色剤を含有したトナーが求められている。

#### 【0005】

##### 【特許文献1】

特開 2000-10344 号公報（請求項 1～3）

#### 【0006】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、十分な画像濃度を得ることができる黒色度及び隠蔽性に優れ、かつ優れた画像品質を実現できる静電荷像現像用トナーを提供することにある。

#### 【0007】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明は、結着樹脂と着色剤を含有してなる静電荷像現像用トナーであって、前記着色剤が粉末炭を含有してなり、該粉末炭の体積中位粒径（ $D_{50}$ ）が  $5.6\mu\text{m}$  以下であり、変動係数が 80% 以下である静電荷像現像用トナーに関する。

#### 【0008】

##### 【発明の実施の形態】

本発明のトナーは、特定の粒度分布を有する粉末炭を着色剤として含有している点に大きな特徴を有する。即ち、本発明における粉末炭の体積中位粒径（ $D_{50}$ ）は、 $5.6\mu\text{m}$  以下であり、好ましくは  $1.1\sim 5.5\mu\text{m}$ 、より好ましくは  $1.2\sim 5.4\mu\text{m}$  である。また、変動係数（CV）は、80% 以下であり、好ましくは 70% 以下、より好ましくは 10～65% である。粉末炭の体積中位粒径が  $5.6\mu\text{m}$  より大きいと、トナー中に含有させることが困難であり、また変動係数が 80% を超えると、トナー中の分散状態が不均一になる。従って、これ

らを満足しないと、トナーの黒色度及び隠蔽性が著しく低下するだけでなく、帯電性等にも悪影響を与え、画像品質の低下をもたらす。なお、本発明において体積中位粒径 ( $D_{50}$ ) とは、粒径に対して小粒径側からの累積体積頻度 (%) が 50 % となるところの粒径をいう。

#### 【0009】

本発明において、粉末炭としては、木質系、ヤシ殻系、石炭系等の粉末炭及びこれらの炭を賦活処理した活性炭等が挙げられ、これらの中では、活性炭が好ましく、木質系及びヤシ殻系の活性炭がより好ましい。なお、本発明における粉末炭は、天然ガスや石油、クレオソート油等の炭化水素の熱分解と不完全燃焼の組合せにより得られるカーボンブラックとは異なるものである。かかるカーボンブラックとしては、チャンネルブラック、サーマルブラック、ファーネスブラック等が挙げられる。

#### 【0010】

木質系粉末炭の原料としては、赤松、クヌギ、樫、杉、桜、松、檜等の木炭が挙げられる。また、これらのおが屑、木材チップ、草灰であってもよい。ヤシ殻系粉末炭の原料としては、ヤシの実等の内果皮等が挙げられる。石炭系粉末炭の原料としては、ハイカロ炭、オイルカーボン、フェノール樹脂、レーヨン、アクリロニトリル、石油ピッチ等が挙げられる。

#### 【0011】

木質系及びヤシ殻系の活性炭の市販品としては、「YP-17」（クラレケミカル株式会社製）、「太閤活性炭V-O」（以上、二村化学社製）、「白鷺KA-2」（以上、武田薬品社製）等が挙げられる。

#### 【0012】

粉末炭の最大径は、好ましくは 1 mm 以下、より好ましくは 0.5 mm 以下である。

#### 【0013】

粉末炭の含有量は、トナーの黒色度の観点から、結着樹脂 100 重量部に対して、1～40 重量部が好ましく、3～30 重量部がより好ましく、5～20 重量部が特に好ましい。

## 【0014】

本発明における結着樹脂としては、ポリエステル、スチレン-アクリル樹脂、エポキシ樹脂、ポリカーボネート、ポリウレタン、2種以上の樹脂成分が部分的に化学結合したハイブリッド樹脂等が挙げられ、特に限定されないが、これらの中では、着色剤の分散性及び転写性の観点から、ポリエステル及びポリエステル成分とビニル系樹脂等の付加重合系樹脂成分とを有するハイブリッド樹脂が好ましく、ポリエステルがより好ましい。ポリエステルの含有量は、結着樹脂中、50～100重量%が好ましく、80～100重量%がより好ましく、100重量%が特に好ましい。

## 【0015】

ポリエステルは、非晶質ポリエステル及び結晶性ポリエステルのいずれであってもよいが、本発明においては、非晶質ポリエステルが好ましい。本発明において、「結晶性」とは、軟化点と融解熱の最大ピーク温度の比（軟化点／ピーク温度）が0.6～1.3、好ましくは0.9～1.2、より好ましくは1より大きく1.2以下であることをいい、また「非晶質」とは、軟化点と融解熱の最大ピーク温度の比（軟化点／ピーク温度）が1.3より大きく4以下、好ましくは1.5～3であることをいう。

## 【0016】

ポリエステルは、2価以上のアルコールからなるアルコール成分と2価以上のカルボン酸化合物からなるカルボン酸成分からなる原料モノマーを縮重合させて得られる。

## 【0017】

2価のアルコールとしては、ポリオキシプロピレン(2.2)-2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシエチレン(2.0)-2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン等のビスフェノールAのアルキレン(炭素数2又は3)オキサイド付加物(平均付加モル数1～10)、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,6-ヘキサングリコール、ビスフェノールA、水素添加ビスフェノールA等が挙げられる。

## 【0018】



3 価以上のアルコールとしては、ソルビトール、1, 4 - ソルビタン、ペンタエリスリトール、グリセロール、トリメチロールプロパン等が挙げられる。

#### 【0 0 1 9】

また、2 価のカルボン酸化合物としては、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、フマル酸、マレイン酸等のジカルボン酸、炭素数 1 ~ 2 0 のアルキル基又はアルケニル基で置換されたコハク酸、これらの酸の無水物及びアルキル（炭素数 1 ~ 1 2）エステル等が挙げられる。

#### 【0 0 2 0】

3 価以上のカルボン酸化合物としては、1, 2, 4 - ベンゼントリカルボン酸（トリメリット酸）及びその酸無水物、アルキル（炭素数 1 ~ 1 2）エステル等が挙げられる。

#### 【0 0 2 1】

なお、アルコール成分及びカルボン酸成分には、1 価のアルコール及び 1 価のカルボン酸化合物が、分子量調整や耐オフセット性向上の観点から、適宜含有されていてもよい。

#### 【0 0 2 2】

ポリエステルは、例えば、アルコール成分とカルボン酸成分とを不活性ガス雰囲気中にて、要すればエステル化触媒を用いて、さらには減圧下、1 8 0 ~ 2 5 0 ℃の温度で縮重合することにより製造することができる。

#### 【0 0 2 3】

非晶質ポリエステルの軟化点は、8 0 ~ 1 6 5 ℃が好ましく、ガラス転移点は 5 0 ~ 8 5 ℃がより好ましい。また、酸価は、着色剤の分散性及び転写性の観点から、0. 5 ~ 6 0 m g K O H / g が好ましく、水酸基価は 1 ~ 6 0 m g K O H / g が好ましい。

#### 【0 0 2 4】

なお、ハイブリッド樹脂は、2 種以上の樹脂を原料として得られたものであっても、1 種の樹脂と他種の樹脂の原料モノマーから得られたものであっても、さらに 2 種以上の樹脂の原料モノマーの混合物から得られたものであってもよいが、効率よくハイブリッド樹脂を得るためには、2 種以上の樹脂の原料モノマーの

混合物から得られたものが好ましい。

#### 【0025】

本発明のトナーには、トナー飛散を抑制する観点から、磁性粉が含有されていてもよい。磁性粉としては、マグネタイト、ヘマタイト、フェライト等の合金や鉄、コバルト、ニッケル等の強磁性金属粉末等が挙げられる。磁性粉の含有量は、結着樹脂100重量部に対し、0.5～10重量部が好ましい。

#### 【0026】

本発明のトナーには、さらに、荷電制御剤、離型剤、流動性向上剤、導電性調整剤、体質顔料、繊維状物質等の補強充填剤、酸化防止剤、老化防止剤、クリーニング性向上剤等の添加剤が適宜内添又は外添されていてもよい。

#### 【0027】

本発明のトナーの製造方法は、混練粉碎法、乳化転相法、重合法等の従来より公知のいずれの方法であってもよいが、製造が容易なことから、混練粉碎法が好ましい。例えば、混練粉碎法による粉碎トナーの場合、結着樹脂、着色剤等をヘンシェルミキサー等の混合機で均一に混合した後、密閉式ニーダー又は1軸もしくは2軸の押出機等で熔融混練し、冷却、粉碎、分級して製造することができる。トナーの体積平均粒径は3～15 $\mu$ mが好ましい。

#### 【0028】

トナーの誘電正接 ( $\tan \delta$ ) は、トナー中の粉末炭の分散性が影響する印刷画像品質、特に地カブリの観点から、0.001～0.01が好ましく、0.002～0.006がより好ましい。トナーの誘電正接 ( $\tan \delta$ ) は、キャパシタンスとコンダクタンスの比を表しており、トナー中の内添剤の分散度合いの指標となる。即ち、 $\tan \delta$  が小さい値であるほど、内添剤の分散度は向上しているものと判断できる。トナーの  $\tan \delta$  は、原料の種類、添加量、それらの予備混合時間や混練工程の各種条件の変更等により調整することができる。

#### 【0029】

本発明のトナーは、磁性体微粉末を含有するときは単独で現像剤として、また磁性体微粉末を含有しないときは非磁性一成分系現像剤として、もしくはキャリアと混合して二成分系現像剤として使用することができるが、本発明のトナーは

耐久性に優れる点から、二成分系現像剤としての使用が好ましい。

#### 【0030】

本発明のトナーは、黒色度が高く、トナー飛散が少なく、微細な網点の再現性に優れ、先端引きも防止されることから、正転現像のみならず、反転現像にも好適に用いることができる。

#### 【0031】

さらに、本発明のトナーは、イエロー、シアン、マゼンタ等の着色剤の抵抗と類似しているために、フルカラー画像の形成にも好適に用いることができる。

#### 【0032】

##### 【実施例】

##### 〔樹脂の軟化点〕

高化式フローテスター「CFT-500D」（島津製作所製）を用い、樹脂の半分出る温度を軟化点とする（試料：1 g、昇温速度：6℃/分、荷重：1.96 MPa、ノズル：1 mm  $\phi$   $\times$  1 mm）。

#### 【0033】

##### 〔樹脂のガラス転移点〕

示差走査熱量計「DSC210」（セイコー電子工業（株）製）を用いて昇温速度10℃/分で測定する。

#### 【0034】

##### 〔トナー及び粉末炭の粒度分布〕

コールターカウンター「コールターマルチサイザーII」を用い、下記の方法に従って、体積平均粒子径（ $D_{50}$ ）と変動係数（CV）〔標準偏差/ $D_{50} \times 100$ 〕を求める。

#### 【0035】

##### ① マルチサイザーセットアップ

P1.SETUP MENU

ORIFICE DIAMETER: 100  $\mu$ m

PRIFICE LENGTH: 75.00  $\mu$ m

SET UP: MANUAL

## ANALYSIS : SAMPLE

## 【0036】

## ② 試料溶液の調製

分散液 5 ml と試料 10 mg を入れた 100 ml 容のビーカーを、超音波洗浄機に入れ、30 秒間、試料を分散液中に分散させる。さらに、ビーカーにアイソトン 25 ml を添加し、60 秒間超音波洗浄機にかける。

## 【0037】

## ③ 測定

別のビーカーにアイソトン 80 ml を添加し、サンプルスタンドにセットする。「STRRER CONTROL」のつまみを 2.5 に合わせ、サンプルスタンド内にセットされたビーカー中の気泡をあらかじめ除去する。

試料溶液後 30 秒以内に、スポイトを用いて試料溶液を少しずつ、サンプルスタンドにセットしたビーカーに投入する。その際、気泡が入らぬよう、注意する。

試料溶液投入の際、マルチサイザー画面の濃度グラフで投入量を確認し、濃度グラフが 9 ~ 15 % となるように調整する。

濃度グラフが 9 ~ 15 % になったら外ドアを閉じ、RESET キーを押す。

「FILL CLOSE」のつまみを右にゆっくり回し垂直にする。アパチャーの泡を軽く抜いたら、再び右にゆっくり回し水平にする。

START キーを押して測定を開始する。N 数が 30000 で自動的に終了する。

## 【0038】

〔トナーの誘電正接 (tan  $\delta$ )〕

トナー 5 g を内径 59 mm の打錠用プレス金型に表面が均一になるように投入し、かかる金型を電動式試料成形機 (C/N : 9302 / 30、前川試験器社製) にセットし、付属のブルドン管荷重計の目盛りで 10 トンの加圧を 10 秒間行なうことにより、直径 59 mm、厚さ約 1.7 mm のトナーペレットを得る。

得られたトナーペレットをプレシジョン LCR メーター ; HP 4284 及び誘電体測定用電極 ; HP 16451B (使用電極 : 電極 A) (ともに、横川ヒューレットパッカード社製) を用い、温度 25 °C、湿度 50 % の環境下で 1 kHz

におけるトナーペレットの誘電正接を測定する。

### 【0039】

〔キャリアの飽和磁化〕

(1) 外径 7 mm (内径 6 mm)、高さ 5 mm の蓋付プラスチックケースにキャリアをタッピングしながら充填し、プラスチックケースの重量とキャリアを充填したプラスチックケースの重量の差から、キャリアの質量を求める。

(2) 理研電子(株)の磁気特性測定装置「BHV-50H」(V. S. MAGNETOMETER)のサンプルホルダーにキャリアを充填したプラスチックケースをセットし、バイブレーション機能を使用して、プラスチックケースを加振しながら、79.6 kA/m の磁場を印加して飽和磁化を測定する。得られた値は充填されたキャリアの質量を考慮し、単位質量当たりの飽和磁化に換算する。

### 【0040】

#### 樹脂製造例 1

ビスフェノール A のプロピレンオキサイド付加物 (平均付加モル数: 2.2 モル) 2450 g、ビスフェノール A のエチレンオキサイド付加物 (平均付加モル数: 2.2 モル) 975 g、イソドデセニルコハク酸 259 g、テレフタル酸 961 g、無水トリメリット酸 278 g 及びジブチル錫オキシド (エステル化触媒) 9.8 g を窒素気流下、230℃にて8時間反応させた後、系内を 8.3 kPa に減圧して、ASTM D36-86 に準じて測定した軟化点が約 150℃に達するまで反応させた。得られた樹脂を樹脂 A とする。樹脂 A の軟化点は 148℃、ガラス転移点は 62℃、酸価は 8 mg KOH/g であった。

### 【0041】

#### 樹脂製造例 2

ビスフェノール A のプロピレンオキサイド付加物 (平均付加モル数: 2.2 モル) 3087 g、ビスフェノール A のエチレンオキサイド付加物 (平均付加モル数: 2.2 モル) 59 g、テレフタル酸 994 g、無水トリメリット酸 33 g、  
t-ブチルカテコール 4.5 g 及びジブチル錫オキシド (エステル化触媒) 8.9 g を窒素気流下、230℃にて6時間反応させた後、180℃まで冷却し、フ

マル酸 298 g を投入し、180℃から210℃まで10℃/時間で昇温させた後、210℃、8.3 kPa にて、ASTM D36-86 に準じて測定した軟化点が約100℃に達するまで反応させた。得られた樹脂を樹脂Bとする。樹脂Bの軟化点は104℃、ガラス転移点は61℃、酸価は11 mg KOH/g であった。

#### 【0042】

##### キャリア製造例

ヘマタイトに、マグネシウムの含有量が3.0重量%になるように酸化マグネシウムを配合し、得られた混合物100重量部に、バインダー（ポリビニルアルコール）1.5重量部及び分散剤0.5重量部を添加し、スラリー濃度が50%になるように水を加えた。これを三井鉱山（株）製のアトライターで1時間湿式粉碎混合し、スラリーを調製した。

#### 【0043】

スラリーを、スプレードライヤーで造粒乾燥し、次に、電気炉で窒素雰囲気下、約1500℃で焼成し、振動篩で分級を行い、キャリアのコア材を得た。

#### 【0044】

得られたコア材1000重量部に対し、フッ素樹脂「HYLAR 301F」（アウジモント社製）6.5重量部とアクリル樹脂「ダイヤナールBR-80」（三菱レイヨン（株）製）3.5重量部にメチルエチルケトンを加え、被覆樹脂溶液を調整した。この樹脂溶液を流動コーティング装置を用いて、前記コア材にスプレーコートした。その後、流動層にて、100℃で60分間の熱処理を行い、平均粒径110 μmのキャリアAを得た。キャリアAの飽和磁化は52.5 Am<sup>2</sup>/kgであった。

#### 【0045】

##### 実施例1、2及び比較例1～3

樹脂A 50重量部、樹脂B 50重量部、表1に示す粉末炭12重量部、荷電制御剤「ボントロンN-01」（オリエント化学工業社製）2重量部、荷電制御剤「Copy Charge PSY」（クラリアント社製）0.2重量部、ポリプロピレンワックス「ビスコール660P」（三洋化成社製）1重量部及び

「カルナバワックス C1」(加藤洋行社製) 1.5 重量部を、ヘンシェルミキサーにて予備混合した後、二軸押出機で熔融混練に、冷却後、粉碎、分級工程を経て、体積平均粒子径が  $10\ \mu\text{m}$  の粉体を得た。

【0046】

得られた粉体 100 重量部に、疎水性シリカ「HVK2150」(クラリアント社製) 0.3 重量部をヘンシェルミキサーにより混合付着させ、トナーを得た。トナーの誘電正接 ( $\tan\delta$ ) は表 1 に示す。

【0047】

さらに、得られたトナー 39 重量部とキャリア A 1261 重量部とをナウターミキサーで混合し、二成分現像剤を得た。

【0048】

試験例 1

(1) 反転現像方式の印刷機「Infoprint4000IS1」(日本アイ・ビー・エム株式会社製、線速:  $1066\text{ mm/sec}$ 、解像度:  $240\text{ dpi}$ 、現像機のマグネットロール数: 3 本、セレン感光体、接触現像方式) に二成分現像剤を実装し、1 ページ中に  $2.5\text{ cm}$  四方の黒ベタを 2 つ含むプリントパターンを選択し、印刷枚数を 20 枚、コントラスト 1 に設定する。

(2) 印刷を開始し、5 枚を印刷した時点で印刷を中断する。

(3) 印刷において連続して得られた 2 枚の定着画像及びテンションアーム上に残った 2 枚の未定着画像を試料として採取する。

(4) 再度印刷準備を行い、コントラスト 4、7 に設定し、コントラスト 1 のときと同様に試料となる画像を採取する。

(5) 各コントラストにおける定着画像の画像濃度を、以下の方法に従って測定する。

(6) 各コントラストにおける未定着画像の 4 箇所 ( $2\text{ 箇所} \times 2\text{ 枚}$ ) の黒ベタをはさみで切り抜き、4 枚の黒ベタの重量を測定し、合計 (A) を求める。

(7) 重量測定後、未定着画像上のトナーを吹き飛ばし、トナーを除去した紙の重量を測定し、4 枚の紙の合計 (B) を求める。

(8) (A) - (B) の値から、トナー付着量 ( $\text{g}/25\text{ cm}^2$ ) を求める。

## 【0049】

〔画像濃度 (OD) 〕

「Gretag SPM50」(Gretag社、絶対白キャリブレーション；Polフィルタ、観測視野：2℃、照明タイプ：+、Wbase：Abs、Std：DIN NB、Sampleモード)を用いて4個の2.5cm四方黒ベタ部に対して一つにつき、5箇所の画像濃度を測定し、合計20箇所の画像濃度の測定した後、その平均値を算出する。

## 【0050】

トナー付着量と定着画像の画像濃度の関係を図1に示す。画像濃度に対するトナー付着量の許容レベルは、OD 1.6の時0.025g/25cm<sup>2</sup>以下のトナー付着量である。これ以上の付着量になるとトナーの定着性が低下する。

## 【0051】

## 試験例2

試験例1と同じ装置に二成分現像剤を実装し、2.5cm四方のベタ画像を4個含む、黒化率が8%のプリントパターンを、コントラスト7で、11×18インチの連続紙を用いて印刷した。以下の方法に従って、地カブリ及び細線再現性を測定又は評価した。結果を表1に示す。

## 【0052】

〔地カブリ (BG) 〕

「Model 938 Spectrodensitometer」(X-Rite社、アパチャー；20mm、測定モード；Yxy、光源；D<sub>65</sub>、視野角；10degree)を用いて、印刷前用紙(Yb)と印刷済み用紙(Ya)の非画像部を測定し、

$$BG \text{ 値} = Yb - Ya$$

の値を求める。地カブリの許容レベルは0.7以下である。0.7を超えると、目視でトナーの地カブリが確認できるようになり、画像品質を著しく悪化させる。

## 【0053】

〔細線再現性〕

プリントパターンにおける細線部の印字状態を目視にて観察し、細線再現性を



判断した。実施例 1、比較例 1 及び比較例 3 のトナーを用いて得られた画像の細線部の電子顕微鏡写真を図 2～4 に示す。

【0054】

【表 1】

	黒色着色剤	粉 末 炭		$\tan \delta$	BG	細 線 再現性
		D <sub>50</sub>	CV			
実施例 1	KA-2	3.81	60.3	0.00262	0.37	良
実施例 2	YP-17	5.16	59.9	0.00290	0.50	良
比較例 1	SA1000	5.59	88.2	0.02002	1.19	不 良
比較例 2	FAC-10	20	78.3	0.00279	0.81	不 良
比較例 3	Regal 330R	—	—	0.00406	0.30	不 良

注) KA-2 (白鷺KA-2) : ヤシ殻系活性炭、武田薬品社製  
 YP-17 : ヤシ殻系活性炭、クラレケミカル社製  
 SA1000 (太閤活性炭SA1000) : 木質系活性炭、二村化学社製  
 FAC-10 (白鷺FAC-10) : 木質系活性炭、武田薬品社製  
 Regal 330R : カーボンブラック、キャボット社製

【0055】

表 1、図 1 の結果より、実施例 1 と実施例 2 のトナーは地カブリが少なく、細線再現性が良好で、画像品質に優れていることが分かる。また、画像濃度に対するトナー付着量も、少ないトナー付着量で目標画像濃度が確保されていることから、実施例 1 と実施例 2 のトナーは、含有する粉末炭により、十分な黒色度及び隠蔽性が得られていることが分かる。さらに、実施例 1 及び実施例 2 のトナーは、いずれもトナー内の添加剤の分散性の指標となる  $\tan \delta$  の値が低いことから、実施例 1 及び実施例 2 のトナーにおける粉末炭の分散性が高く、これにより画像品質のより一層の向上が実現されているものと推定される。

【0056】

これに対し、体積中位粒径及び変動係数が所望の範囲外である粉末炭を含有した比較例 1 と比較例 2 のトナーは、トナー中に含有されない粉末炭が存在しているものと推定され、目視でも確認できるほど地カブリが多く、画像品質が損なわれている。特に、比較例 1 のトナーは、 $\tan \delta$  の値が高く、粉末炭の分散が不

十分であることが、トナーの帯電性に悪影響を及ぼし、地カブリが悪化したものと推定される。また、比較例 2 のトナーは、画像濃度に対するトナー付着量が多く、黒色度と隠蔽性が不十分であることが分かる。

また、カーボンブラックを含有した比較例 3 のトナーは、地カブリがほとんど発生しておらず、トナー付着量についても良好な結果が得られたものの、細線再現性に欠けている。

#### 【0057】

#### 【発明の効果】

本発明により、黒色度及び隠蔽性に優れ、かつ優れた画像品質を実現できる静電荷像現像用トナーを提供することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【図 1】

図 1 は、試験例 1 において、実施例及び比較例で得られたトナーによる、トナー付着量と画像濃度の関係を示すグラフである。

#### 【図 2】

図 2 は、試験例 2 において、実施例 1 で得られたトナーを用いて得られた画像の細線部の電子顕微鏡写真である。

#### 【図 3】

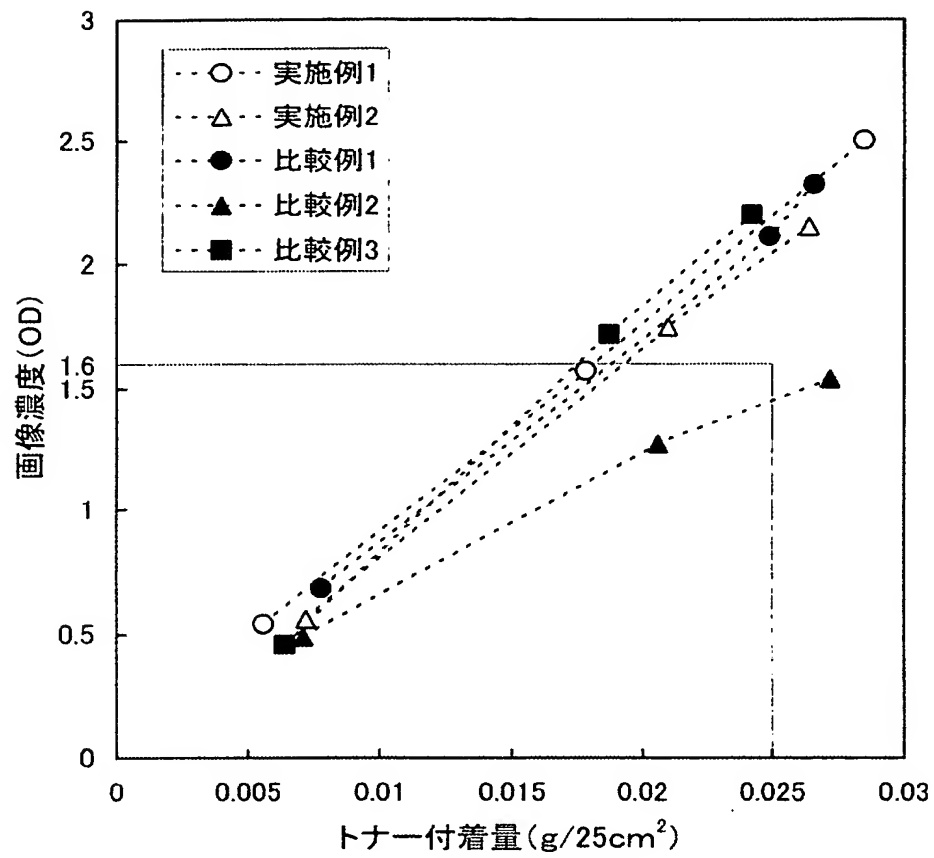
図 3 は、試験例 2 において、比較例 1 で得られたトナーを用いて得られた画像の細線部の電子顕微鏡写真である。

#### 【図 4】

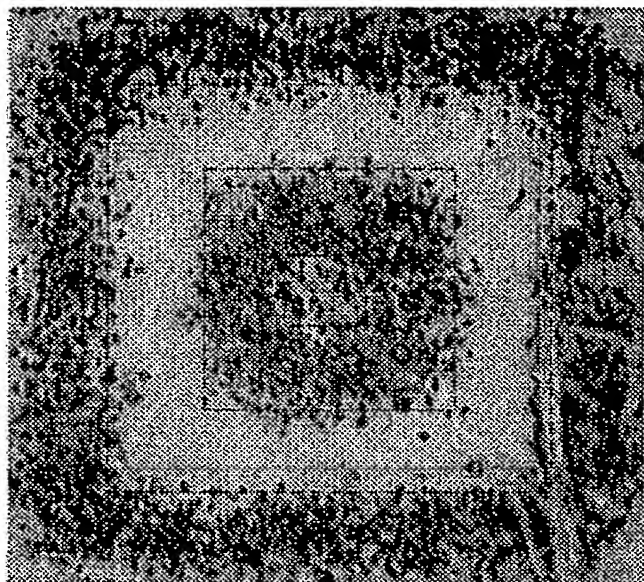
図 4 は、試験例 2 において、比較例 3 で得られたトナーを用いて得られた画像の細線部の電子顕微鏡写真である。

【書類名】 図面

【図 1】

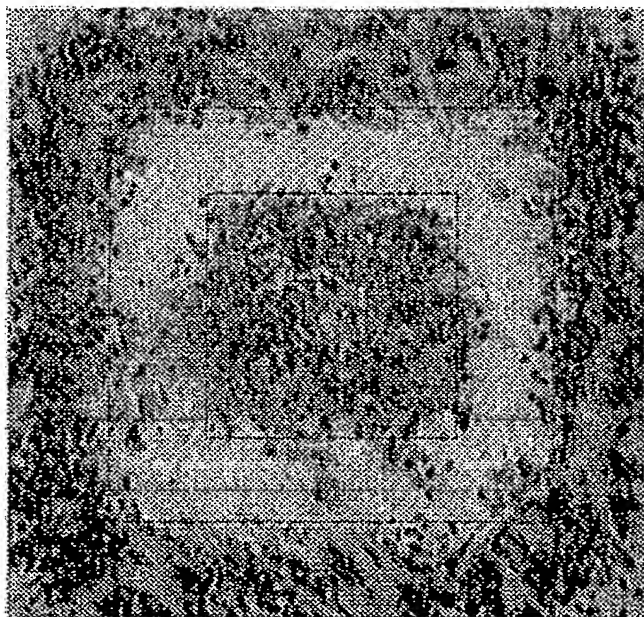


【図 2】



0.4mm

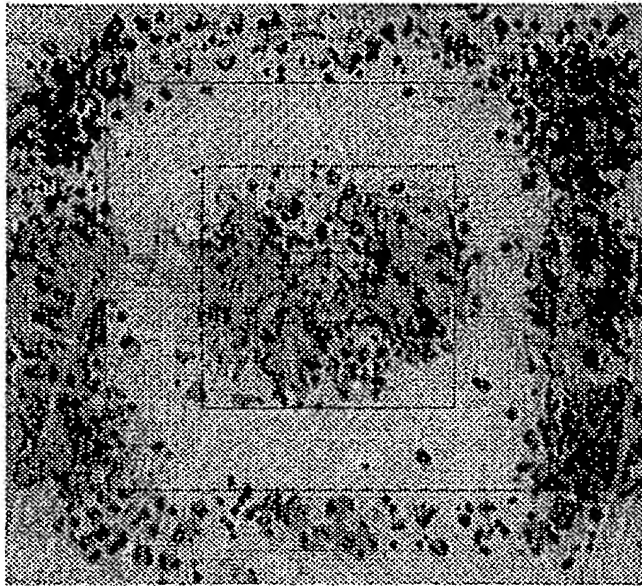
【図 3】



0.4mm

BEST AVAILABLE COPY

【図 4】



0.4mm

BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

十分な画像濃度を得ることができる黒色度及び隠蔽性に優れ、かつ優れた画像品質を実現できる静電荷像現像用トナーを提供すること。

【解決手段】

結着樹脂と着色剤を含有してなる静電荷像現像用トナーであって、前記着色剤が粉末炭を含有してなり、該粉末炭の体積中位粒径（ $D_{50}$ ）が $5.6\mu\text{m}$ 以下であり、変動係数が80%以下である静電荷像現像用トナー。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 3 - 1 0 2 2 8 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 0 0 0 0 0 0 9 1 8 ]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 2 4 日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目 1 4 番 1 0 号  
氏 名 花王株式会社